# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2002-294359

(43) Date of publication of application: 09.10.2002

(51)Int.Cl.

C22C 1/10 B22D 19/00 B22D 19/14 C22C 47/06 C22C 49/02 C22C 49/04 C22C 49/06 C22C 49/14 // C22C101:04 C22C101:06 C22C101:10 C22C101:14 C22C101:18

(21)Application number : 2001-135551 (71)Applicant : AM TECHNOLOGY:KK

> **JAPAN SCIENCE & TECHNOLOGY CORP OCHIAI SHOJIRO** SENTAN ZAIRYO:KK

(22) Date of filing:

29.03.2001

(72)Inventor: SUZUKI NOBUYUKI

TSUSHIMA EIKI **OCHIAI SHOJIRO** 

# (54) METAL-MATRIX CARBON-FIBER-REINFORCED COMPOSITE MATERIAL AND ITS MANUFACTURING METHOD

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To solve the conventional problem that direct reaction between metal and carbon fiber in a metal-matrix carbon-fiber-reinforced composite material causes the deterioration of the carbon fiber and the expected characteristics, such as strength, Young's modulus, high thermal conductivity and low thermal expansion, cannot be exhibited and to find the various characteristics of the metal-matrix carbon-fiberreinforced composite material and to provide the material having excellent weatherability and heat resistance by suppressing the above reaction.

SOLUTION: In manufacturing the carbon-fiber compact, an organic precursor which remains in the form of carbon on firing in a nonoxidizing atmosphere is used as a binder so that the resultant residual carbon can be interposed later between the molten metal and the carbon fiber to prevent the direct reaction. Deterioration in strength of the carbon fiber can be prevented. In the method for manufacturing the metal-matrix carbon-fiberreinforced composite material, composing with the metal is performed by pressing the molten metal into the carbon compact under high pressure.

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

### **CLAIMS**

[Claim(s)]

[Claim 1]A metallic matrix.

As reinforcement, it is carbon fiber.

It is the metal matrix composite provided with the above, and is characterized by a volume ratio of reinforcement being 15 to 65%.

[Claim 2]Said metallic matrices are aluminum, magnesium, copper, silver, and the metal matrix composite according to claim 1 that are chosen more and that consists of metal or those alloys more than a kind at least.

[Claim 3]The metal group composite according to claim 1 which uses as reinforcement a Plastic solid which consists of an organic precursor binder which becomes carbonaceous by calcinating in fibrous material which consists of continuous glass fiber which consists of carbonaceous or graphite or staple fibers, and these mixtures as said carbon fiber, and a non-oxidizing atmosphere.

[Claim 4]The metal matrix composite according to claim 1 containing more than a kind of a group which consists of textiles, a whisker, or powder in which a volume ratio as reinforcement of said carbon fiber is not less than 50%, and consists of quality of alumina, quality of mullite, quality of silicon carbide, and quality of silicon nitride except it which consists of a carbon fiber Plastic solid substantially.

[Claim 5]A manufacturing method of a metal group carbon fiber composite material characterized by casting in a pressure of 20 or more Mpa with this Plastic solid within a metallic mold after it preheats beforehand claim 3 and the carbon fiber Plastic solid according to claim 4 by a non-oxidizing atmosphere and metal of a matrix of claim 2 has fused.

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

### **DETAILED DESCRIPTION**

[Detailed Description of the Invention] [0001]

[Field of the Invention]This invention relates to metal group carbon fiber reinforced composite materia and a manufacturing method for the same.

In detail, are the high heat conductivity for the package of a semiconductor, and The substrate of the rate of low thermal expansion, Offer of lightweight high strength part article materials, such as specific strength, a high structural material for aeronautics and astronautics of the ratio of rigidity, a part material of an internal-combustion engine, a common industrial structural material, and care apparatus, is attained to with useful metal group carbon fiber reinforced composite materia, and it is related with the manufacturing method.

## [0002]

[Description of the Prior Art]Since the reaction of molten metal and carbon fiber occurred and the intensity of the carbon fiber which is reinforcement fell remarkably conventionally when the metal matrix composite containing carbon fiber carried out being application-of-pressure impregnated of the metal with scorification, the intensity of the done metal matrix composite was remarkably low too, and what is equal to practical use was not able to be manufactured.

[0003]on the other hand -- carbon fiber -- specific strength and a ratio -- it excels in Young's modulus, and since processability is also good, they are the only cheap and mass-produced textiles. These were [ only being used mainly for the composite material of what made tic / brass / the matrix, and ]. The material of the parts by which high reliability is needed for heat-resistant lack and weatherability for a not good reason is not presented with the composite material with a plastic.

# [0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]Therefore, the technical problem of this invention is lightweight and there is in providing the carbon fiber reinforced metal group composite

material which acquires heat resistance and high-reliability taking advantage of the characteristic of carbon fiber of having high intensity and high elasticity.
[0005]

[Means for Solving the Problem]When they create a carbon fiber Plastic solid, this invention persons use first an organic precursor which remains as carbon by calcinating by a non-oxidizing atmosphere as a binder, in order to solve a technical problem of this invention in view of the conventional status of development. These carbon that remains, and the sum total of carbon fiber adjust so that it may become 15 to 65% by a volume rate. At this time, a volume rate which totaled with carbonaceous textiles, a whisker, or powder which consists of quality of alumina other than carbon, quality of mullite, quality of silicon carbide, and quality of silicon nitride is good as for 15 to 65%.

[0006]Next, the above Plastic solids are preheated within a non-oxidizing atmosphere, and what aluminum, magnesium, copper and metal more than a silver kind, or its alloy fused is put in in a metallic mold, and it casts, applying it. Preheat temperature of a Plastic solid at this time is made more than metaled solidus temperature, and from liquidus temperature, 50-200 \*\* of metaled melting temperature is made high, and is performed. Although a pressure to cast changes with a volume rate of carbon fiber, paths of textiles to be used, etc., 20 or more Mpa is required for it.

[0007]A metal group carbon fiber composite material is obtained as mentioned above. Since a substance which remains as carbonaceous in a carbon fiber Plastic solid served as molten metal and shock absorbing material between textiles as a binder at this time, a fall of intensity of carbon fiber was able for a reaction between direct molten metal and carbon fiber not to occur, but to protect.

[0008]Thus, an obtained metal group carbon fiber composite material, It is lightweight and intensity and Young's modulus are large, and even if it exposes to outdoor sunlight etc. further, what degradation as a composite material does not have as a member in an internal-combustion engine, and made a plastic a matrix has poor weatherability, In a not less than 100 \*\* pyrosphere, it is difficult for a matrix to gasify gradually and to hold early intensity and Young's modulus.

# [0009]

[Embodiment of the Invention]The metal group carbon fiber composite material of this invention demonstrates various characteristics with the matrix which is the element, and the combination of reinforcement. The example of the target characteristic, and the matrix chosen and the combination of reinforcement is shown in the 1st table.

A3 .	1 42
目的とする特性	マトリッグスと強化材の組合わせ
軽量、高強度、高ヤング率	マグネシウム+炭素繊維
高熱伝導率、低熱膨張率	銀又は銅+炭素繊維
軽量、高熱伝導率	アルミニウム+炭素繊維+炭化珪素
軽量、高強度、耐摩耗	マグネシウム+炭素繊維+アルミナ
·	ムライト
	窒化珪素

æ

[0010]Next, a more concrete manufacturing method is shown. First, it describes about the manufacturing method of a carbon fiber Plastic solid. The carbon continuous glass fiber of a pitch system is put in order and put in the box of specified shape in one way, and after making the solution which adjusted phenol resin to 10wt% in ethanol, this is calmly poured out into the box which arranged carbon continuous glass fiber. If this box is held at 40 \*\*, ethanol will evaporate and a soft Plastic solid will be acquired. Then, it calcinates at 1500 \*\* in Ar air current, and, in carbonaceous, an opening acquires 55% of carbon Plastic solid 45% by volume. It was considered as Plastic solid A.

[0011]Next, since it is put in the box of specified shape after stirring too a thing with a length of 5 mm of PAN system carbon fiber in phenol resin 10wt% of an alcohol solution, and it holds at 40 \*\* and all ethanol was evaporated, it was begun to take a Plastic solid and the carbon fiber Plastic solid without directivity was acquired. At 2300 \*\*, this thing was calcinated in Ar air current, and carbonaceous acquired 23% of carbon Plastic solid. It was considered as Plastic solid B.

[0012]The pitch based carbon fiber was arranged in one way, it stuck via the epoxy resin at 0.05-mm-thick pasteboard upwards, and a 1.5-mm thing was obtained as textiles thickness. Laminate this thing in an order which one layer becomes in the direction of X, and a bilayer eye consists of in the direction of Y into a square box, and it is begun to color the contents of the square box, It calcinated at 300 \*\* by Ar air current, one side of 50-mm length in thickness pressurizing a 100-mm Plastic solid with a pressing machine from a top, being 28 mm in thickness, and holding the state. Thus, after obtaining the thing of 35% of the volume rate of the acquired carbon fiber Plastic solid, it dips into the underwater suspension of the silicon carbide powder whose mean particle diameter is 1.2 micrometers, it dries at 120 \*\*, there are the place and 5% of weight increment which measured weight, and the volume rate of silicon carbide was presumed to be about 3%. The Plastic solid was set to C. [0013]The alumina staple fiber immersed the textiles of the cylindrical voice which used carbon fiber as the plain weave in the inside currently suspended in phenol 10wt% of an alcohol solution, and the very thing was put on the stick made from the vinyl chloride of a 7.5-mm diameter. Similarly, five more layers were performed. This was dried at 60 \*\*, it calcinated in 1400 \*\*Ar after that, and cylindrical Plastic solid 7 mm in inside diameter which consists of carbon fiber substantially of nature of alumina 5 volume % and carbonaceous 3 volume % from carbon fiber 38 volume % phenol, and the thing of outer diameter 100 mm

of length of 12 mm were obtained. It was considered as Plastic solid D.

[0014]Next, the carbon fiber Plastic solid acquired by making it above is compounded with various metal matrices, and the manufacturing method of metal group carbon fiber reinforced composite materia is shown. Using Plastic solid A, this is preheated at 750 \*\* among Ar, and pure magnesium is too held at 750 \*\*. Next, after arranging a Plastic solid on the metallic mold with a 200-mm x 200 mm of inner-sizes depth of 100 mm beforehand preheated at 300 \*\*, magnesium was slushed by melting, and pressure 100Mpa was added and cast. Then, as for the place and density which started the portion of magnesium group carbon fiber reinforced composite materia, and were processed into the specimen and for which density, tensile strength, and Young's modulus were measured, 1,020Mpa and the Young's modulus of 2.0 g/cm³ and tensile strength were 530Gpa. Change of what was not observed, either, although this thing was immersed for ten days into 40 \*\* warm water. It was checked that the metal group carbon fiber reinforced composite materia which are a light weight, high intensity, and high Young's modulus, and does not have degradation of the textiles by a reaction had been obtained by this.

[0015]Next, using Plastic solid B, too, it held at 1150 \*\* in Ar, and it flowed into the metallic mold as shows drawing 1 what fused another side pure copper (JISC1020) at 1200 \*\*, Plastic solid B was moved on it, and application-of-pressure casting was carried out by 80Mpa. The portion of the copper group carbon fiber reinforced composite materia after coagulation cooling was started, and it was processed into the specimen which measures thermal conductivity and a coefficient of thermal expansion. Thermal conductivity was the place and 420 W/mK which were measured with the laser flash method. The coefficient of thermal expansion was place and 11x10<sup>-6</sup>1/K measured with the thermal analysis apparatus. The result checked that the metal group carbon fiber reinforced composite materia of the rate of low thermal expansion had been obtained with high heat conductivity. [0016]Using Plastic solid C, it holds at 800 \*\* in Ar similarly, another side and pure aluminum (JISA1050) were fused at 800 \*\*, it flowed into the metallic mold as shown in drawing 1, Plastic solid C has been arranged on it, and application-of-pressure casting was carried out by 100Mpa. The aluminum group carbon-fiber-reinforced-composite-materia portion was started after coagulation cooling, and three kinds of materials, an X axial direction, Y shaft orientations, and also Z shaft orientations, were processed into each specimen of tensile strength, density, and thermal conductivity. The result of each specimen is shown in the 2nd table.

	第	2	表
索繊維の方向	引張強度(M)	oa)	熱伝導

炭素繊	維の方向	引張強度(Mpa)	熱伝導度(W/MK)	密度(g/cm³)
X	軸	7 4 0	5 2 0	
Y	軸	780	510	2.49
Z	軸	250	180	

Although each specimen was underwater held for ten days, the aluminum group carbon

fiber reinforced composite materia of high heat conductivity healthy at a light weight was able to be obtained from the result of the more than to which change of what was not accepted, either with high intensity to the orientation direction of carbon fiber. [0017]Next, Plastic solid D is heated at 750 \*\* in Ar, this was allotted in a metallic mold like drawing 1, 760 \*\* pure magnesium was poured out, and application-of-pressure casting was carried out by 50Mpa. The magnesium group carbon fiber composite material portion was started after coagulation and cooling, and 7 mm in inside diameter, the outer diameter of 11.5 mm, and 95 mm in length were processed. This thing is inserted in the pin part of the piston of an internal-combustion engine, and the place and abnormalities which did the engine mounting test cannot be discovered between 10Hrs, but there is no change of the weight before and behind a test, and it was stable with 9.89gr. Since the weight of the pin made from the conventional casting was 48.81gr, the weight saving was able to be carried out to about 1/5.

# [0018]

[Comparative Example(s)]The carbon fiber of a pitch system was stuffed into the cylinder made from alumina ceramics (30-mm100 mm in length in inside diameter), and the body obtained 45% of thing by the carbon fiber volume rate. After heating this in Ar and holding at 750 \*\*, it has arranged in the metallic mold shown in drawing 1, each was filled with the molten metal of 750 \*\* pure magnesium and 750 \*\* pure aluminium (JISA1050), and application-of-pressure casting was carried out, respectively. Welding pressure was in 100Mpa. After coagulation cooling, the place and aluminum group carbon fiber composite material which began to take each compound part, processed it into the test piece for tensile test, and did the tensile test -- 80Mpa and a mug -- in a SHIUMU group carbon fiber composite material, it was set to 110Mpa and expected intensity was not obtained. The place which immersed the specimen in 40 \*\* underwater, and 30 minutes afterward, air bubbles do not have an intermission and it was generated. This can do carbide by the reaction of carbon and metal, as shown in a following formula, and it is regarded as the air bubbles by methane.

$$A 1_4 C_3 + 6 H_2 O$$
  $\longrightarrow$   $2 A 1_2 O_3 + 3 C H_4$   
 $M g_2 C + 2 H_2 O$   $\longrightarrow$   $2 M g O + C H_4$ 

# [0019]

[Effect of the Invention] The metal group carbon fiber reinforced composite materia of this invention has the feature in having given the buffer effect for reaction control with the organic precursor binder which becomes carbonaceous by inhibiting namely, calcinating the reaction of metal and carbon fiber in a non-oxidizing atmosphere, while making the Plastic solid of carbon fiber. For this reason, it is cheap, and the carbon fiber mass-produced maintains healthy intensity, rigidity, and continuity, and brings about not only metal strengthening but an improvement of metaled thermal conductivity, and the fall of thermal expansion. In the industrial world, since this thing can bring about improvement of a

semiconductor package and can bring high reliability to the structural material for
aeronautics and astronautics which does not suit in plastic reinforcement, the part material
of an internal-combustion engine, etc., it is a very useful invention.

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

#### **DESCRIPTION OF DRAWINGS**

[Brief Description of the Drawings]

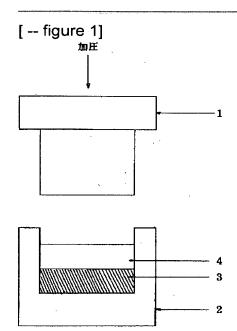
- [ -- figure 1] It is a schematic diagram showing the structure of the manufacturing installation of the metal group carbon fiber reinforced composite materia of this invention. [Description of Notations]
- 1 Pressure plunger
- 2 Metallic mold
- 3 Molten metal metal
- 4 Carbon fiber Plastic solid

However, 3 and 4 may replace.

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

# **DRAWINGS**



#### (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2002-294359 (P2002-294359A)

(43)公開日 平成14年10月9日(2002.10.9)

	識別紀号	FΙ					<del>;</del>	f-7]-ド( <del>参考</del> )
1/10		C 2 2	С	1/10			G	4 K 0 2 0
19/00		B 2 2	D	19/00			F	
19/14				19/14			В	
47/06		C 2 2						
49/02				•				
	審査請求	未請求		•	普面	(全	5 頁)	最終頁に続く
<del>}</del>	特願2001-135551(P2001-135551)	(71) 出	」  「関人	000127	592			
				株式会	社エー	・エノ	・テク	ノロジー
	平成13年3月29日(2001.3.29)			静岡県	沼津市	足高角	昆上232-	-26
		(71) 出	<b>劉</b>	396020	800			
				科学技	術摄興	事業団	Ð	
				埼玉県	川口市	本町4	丁目1	番8号
		(71)世	人頭	501176	428			
				落合	庄治郎			
				京都府	京都市	左京区	(吉田本	町 京都大学内
		(71)出	顧人					
				株式会	社先端	材料		
				静岡県1	富士市。	五貫島	<b>5</b> 747 — 1	
								最終頁に続く
	19/00 19/14 47/06 49/02	1/10 19/00 19/14 47/06 49/02 審査請求 <b>特願2001-135551(P2001-135551)</b>	1/10	1/10	1/10	1/10	1/10	1/10

# (54) 【発明の名称】 金属基炭素繊維強化複合材料およびその製造方法

# (57)【要約】

【課題】 金属基炭素繊維強化複合材料の金属と炭素繊維との直接反応により炭素繊維が劣化し、所期の強度や、ヤング率、高熱伝導度、定熱膨張等の特性を発揮させることが出来なかった。課題は反応を抑制することにより、金属基炭素繊維複合材料の種々の特性を発見し、耐候性、耐熱性に優れた材料を提供する。

【解決手段】 炭素繊維成形体の作成の際に、バインダーとして、非酸化性雰囲気で焼成することにより炭素として残留する有機前駆体を使用し、この際の残留炭素が後に、溶融金属と炭素繊維の間に介在し、直接の反応を防止し得るようにする。炭素繊維は強度劣化を防ぐことができる。金属との複合化は、溶融金属の炭素成形体への高圧下での圧入する方法を特徴とする金属基炭素繊維強化複合材料の製造方法.

2

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 金属質マトリックスと、強化材として、 炭素繊維よりなる複合材料であって、強化材の体積比率 が15~65%であることを特徴とする金属基複合材 料。

【請求項2】 前記金属質マトリックスが、アルミニウム、マグネシウム、銅、銀、より選択される少なくとも一種以上の金属又は、それらの合金よりなる請求項1に記載の金属基複合材料。

【請求項3】 前記炭素繊維として、炭素質又は黒鉛質からなる長繊維又は短繊維及びこれらの混合物よりなる繊維状物質と非酸化性雰囲気中で焼成することにより炭素質になる有機前駆体バインダーよりなる成形体を強化材とする請求項1に記載の金属基複合材。

【請求項4】 前記炭素繊維の強化材としての体積比率が50%以上であってそれ以外は、アルミナ質、ムライト質、炭化珪素質、窒化珪素質よりなる繊維、ウィスカー、又は粉末よりなる群の一種以上を含む実質的に炭素繊維成形体よりなる請求項1に記載の金属基複合材料。

【請求項5】 請求項3及び請求項4に記載の炭素繊維成形体を予め非酸化性雰囲気で予熱しておき、請求項2のマトリックスの金属の溶融した状態で金型内にて、該成形体と共に20Mpa以上の圧力で鋳造することを特徴とする金属基炭素繊維複合材料の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、金属基炭素繊維強化複合材料およびその製造方法に関するものであり、更に詳しくは、半導体のパッケージ用の高熱伝導で、低熱膨張率の基板、比強度、比剛性の高い宇宙航空用構造材料、内燃機関の部品材料、一般の産業用構造材料、介助機器などの軽量高強度部品材料の提供に有用な金属基炭素繊維強化複合材料とおよびその製造方法に関する。

#### [0002]

【従来の技術】従来、炭素繊維を含む金属基複合材料は、溶融法で金属を加圧含浸させると、溶融金属と炭素繊維の反応が起きて強化材である炭素繊維の強度が著しく低下するので、出来上がった金属基複合材料の強度はやはり著しく低く、実用に耐えるものは、製造できなかった。

【0003】一方、炭素繊維は、比強度、比ヤング率に優れ、加工性も良いため、安価で量産されている唯一の繊維である。これらは、主として、ブラスチックをマトリックスとしたものとの複合材料に使用されているのみであった。プラスチックとの複合材料は、耐熱性欠如や、耐候性が良くないなどの理由で、高い信頼性を必要

とされる部品の材料には、供されていない。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の課題は、軽量で高強度、高弾性を有する炭素繊維の特性を生かし、かつ、耐熱度や高信頼性を得る炭素繊維強化金属 基複合材料を提供することにある。

#### [0005]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、従来の開発状況に鑑み、本発明の課題を解決するため、先ず、炭素繊維成形体を作成する際に、バインダーとして、非酸化性雰囲気で焼成することにより、炭素として残留する有機前駆体を使用する。これらの残留する炭素と、炭素繊維の合計が、体積率で15~65%になるように調整する。この時、炭素以外のアルミナ質、ムライト質、炭化珪素質、窒化珪素質よりなる繊維、ウィスカー、又は粉末を炭素質と合計した体積率が15~65%にしても良い。

【0006】次に前記のような成形体を非酸化性雰囲気内で、予熱し、アルミニウム、マグネシウム、銅、および銀の一種以上の金属か、又は、その合金の溶融したものとを金型内に入れて、高圧をかけて鋳造する。この時の成形体の予熱温度は、金属の固相線温度以上とし、金属の溶融温度は液相線温度より50~200℃高くして行なう。鋳造する圧力は炭素繊維の体積率や、使用する繊維の径などによって異なるが20Mpa以上が必要である。

【0007】以上のようにして、金属基炭素繊維複合材料が得られる。この時、バインダーとして、炭素繊維成形体中に炭素質として残留する物質が溶融金属と、繊維との間の緩衝材となるために、直接溶融金属と炭素繊維の間の反応が起こらず、炭素繊維の強度の低下が防ぐことが可能であった。

【0008】このようにして得られた金属基炭素繊維複合材料は、軽量で、強度、ヤング率が大きく、さらに屋外の太陽光などに晒しても、又、内燃機関の中の部材としても、複合材料としての劣化は全くなく、プラスチックをマトリックスとしたものは、耐候性が貧弱で、又、100℃以上の高温域では、マトリックスが徐々にガス化して、初期の強度、ヤング率を保持することは、困難である。

#### [0009]

【発明の実施の形態】本発明の金属基炭素繊維複合材料は、その要素であるマトリックスと強化材の組合わせにより、様々な特性を発揮する。第1表に目的とする特性と、選択されるマトリックスと強化材の組合わせの例を示す。

第 1 表

目的とする特性	マトリックスと強化材の組合わせ
軽量、高強度、高ヤング率	マグネシウム+炭素繊維
高熱伝導率、低熱膨張率	銀又は銅+炭素繊維
軽量、高熱伝導率	アルミニウム+炭素繊維+炭化珪素
経量、高強度、耐摩耗	マグネシウム+炭素繊維+アルミナ
	ムライト
	<b>窒化</b> 珪素

【0010】次により具体的な、製造方法を示す。先ず、炭素繊維成形体の製造方法について記す。ピッチ系の炭素長繊維を所定形状の箱の中に一方向に並べて入れて、フェノール樹脂をエタノールにて10wt%に調整した溶液を作ってから、これを、炭素長繊維を配した箱の中に静かに注ぐ。この箱を40℃にて、保持すると、エタノールが蒸発して、柔らかい成形体を得る。その後、Ar気流中で、1500℃にて焼成して、炭素質が体積で45%、空隙が55%の炭素成形体を得る。成形体Aとした。

【0011】次に、PAN系炭素繊維の長さ5mmのものを所定形状の箱の中に、やはりフェノール樹脂10wt%のアルコール溶液中で攪拌した後に入れて、40℃に保持してエタノールを全て蒸発させてから、成形体を採り出して、方向性の無い炭素繊維成形体を得た。このものを2300℃にて、Ar気流中にて、焼成して炭素質が23%の炭素成形体を得た。成形体Bとした。

【0012】さらに、ピッチ系炭素繊維を一方向に並べて厚さ0.05mmの台紙に上にエポキシ樹脂を介して、貼り付けて、繊維厚さとして、1.5mmのものを 30 得た。このものを、正方形の箱の中に一層はX方向に、二層目はY方向になるような順序で積層し、正方形の箱の中身を彩り出して、厚さ50mm長さ一辺が、100mmの成形体を、上からプレス機にて、加圧し、厚さを28mmにして、その状態を保持したまま、Ar 気流で300℃にて焼成した。このようにして得られた炭素繊維成形体の体積率35%のものを得た後、平均粒径が1.2 $\mu$ mの炭化珪素粉の水中懸濁液中に浸し、120℃で乾燥して、重量を測定した所、5%の重量増加があり、炭化珪素の体積率が約3%と推定された。成形体を40 Cとした。

【0013】炭素繊維を平織りにした円筒状態の織物を、アルミナ短繊維がフェノール10w t %のアルコール溶液中に懸濁している中に浸漬し、そのものを7.5 mm直径の塩化ビニール製の棒にかぶせた。同様に、さらに5層行った。これを60℃で乾燥して、その後、1400℃Ar中で焼成して、アルミナ質5体積%、炭素繊維38体積%フェノールからの炭素質3体積%の、円筒状の実質的に炭素繊維からなる成形体内径7mm、外

径12mm長100mmのものを得た。成形体Dとした

【0014】次に、以上のようにして得られた炭素繊維 成形体を各種金属マトリックスと複合し金属基炭素繊維 強化複合材料の製造方法を示す。成形体Aを用いて、こ れをAr中750℃に予熱しておき、純マグネシウムを やはり750℃で保持しておく。次に予め300℃に予 熱しておいた内のり200mm×200mm深さ100 mmの金型に成形体を配した後、溶融でマグネシウムを 流し込み、圧力100Mpaを加えて、鋳造した。この 後、マグネシウム基炭素繊維強化複合材料の部分を切り 出し、試験片に加工し、密度、引張強度、ヤング率を測 定した所、密度は2.0g/cm3、引張強度は1,0 20Mpa、ヤング率は530Gpaであった。又、こ のものを40℃温水中に10日間浸漬したが、何の変化 も観察されなかった。これによって、軽量、高強度、高 ヤング率でかつ、反応による繊維の劣化の無い金属基炭 素繊維強化複合材料が得られたことを確認した。

【0015】次に、成形体Bを用いて、やはり、Ar中 に1150℃に保持しておき、他方純銅(JISC10 20) を1200℃で溶融したものを図1に示すような 金型に注ぎ、その上に、成形体Bを移して、80Mpa で、加圧鋳造した。凝固冷却後銅基炭素繊維強化複合材 料の部分を切出し、熱伝導度と熱膨張係数を測定する試 験片に加工した。熱伝導度はレーザーフラッシュ法によ って測定した所、420W/mKであった。又、熱膨張 係数は、熱分析装置により測定した所、11×10-6 1/Kであった。この結果、高熱伝導率で低熱膨張率の 金属基炭素繊維強化複合材料が得られたことを確認した 【0016】さらに、成形体Cを用いて、同様にAr中 に800℃に保持しておき、他方、純Al (JISA1 050)を800℃にて溶融し、図1に示すような金型 に注ぎ、その上に成形体Cを配置して、100Mpaで 加圧鋳造した。凝固冷却後、アルミニウム基炭素繊維強 化複合材料部分を切出して、X軸方向とY軸方向、さら に Z 軸方向の 3 種類の材料を引張強度、密度および、熱 伝導度の各試験片に加工した。それぞれの試験片の結果 を第2表に示す。

6

\*【比較例】ピッチ系の炭素繊維をアルミナ磁器製の円筒

(内径30mm長さ100mm) の中に詰め込み、円筒

部が炭素繊維体積率で45%のものを得た。これをAr

に配置し750℃の純マグネシウム、750℃の純アル

ミニウム (JISA1050) の溶湯を各個に注ぎそれ

ぞれ加圧鋳造した。加圧力は100Mpaでであった。

凝固冷却後。それぞれの複合部を採り出し、引張試験片

に加工し、引張試験を行った所、アルミニウム基炭素繊

維複合材料では80Mpa、マグシウム基炭素繊維複合

材料では110Mpaとなって、所期の強度は得られな

かった。又、試験片を40℃水中に浸潰した所、30分

後には気泡が間断なく、発生していた。このことは、次

式に示すように炭素と金属の反応により、カーバイドが

出来て、メタンガスによる気泡と見られる。

10 中で加熱し、750℃に保持した後、図1に示す金型内

第 2	麦
-----	---

炭索貓	維の方向	引張強度 (Mpa)	熱伝導度 (W/MI)	密度 (g/cm³)
X	軸	7 4 0	5 2 0	
Y	軸	780	5 1 0	2.49
Z	軸	250	180	1

さらに、各試験片を水中に10日間保持したが、何の変化も認められなかった以上の結果から、炭素繊維の配向方向に、高強度で、高熱伝導率の軽量でかつ健全なアルミニウム基炭素繊維強化複合材料を得ることができた。 10【0017】次に、成形体DをAr中で750℃に加熱しておき、これを図1のような金型内に配し、760℃の純マグネシウムを注ぎ、50Mpaで加圧鋳造した。 疑固、冷却後、マグネシウム基炭素繊維複合材料部分を切出し、内径7mm、外径11.5mm、長さ95mmに加工した。このものを内燃機関のピストンのピン部に挿入し、10Hrsの間、エンジン実装テストを行った所、異常は発見出来ず、テスト前後の重量の変化は無く、9.89grと安定していた。従来の鋳造製のピンの重量が48.81grであったので約5分の1に軽量 20 化できた。

[0018]

### [0019]

【発明の効果】本発明の金属基炭素繊維強化複合材料は、金属と炭素繊維との反応を抑制する、即ち非酸化性雰囲気中で焼成することにより、炭素質になる有機前駆体バインダーにより、炭素繊維の成形体を作ると同時に、反応抑制のための緩衝効果を持たせたことに特徴がある。このため、安価で大量生産されている炭素繊維は、健全な強度、剛性、連続性を保ち、金属強化ばかりでなく、金属の熱伝導率の改善や、熱膨張の低下をもたらす。この事は、産業界に於いては、半導体パッケージの改良をもたらし、プラスチック強化材ではかなわぬ宇宙航空用構造材料、内燃機関の部品材料、などに高い信

頼性をもたらすことができるので、非常に有用な発明で ある。

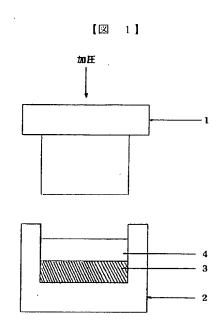
#### 【図面の簡単な説明】

'【図 1】本発明の金属基炭素繊維強化複合材料の製造 30 装置の構造を示す概略図である。

#### 【符号の説明】

- 1 加圧プランジヤー
- 2 金型
- 3 溶湯金属
- 4 炭素繊維成形体

但し、3と4は、置き換えても良い。



# フロントページの続き

(51) Int. CI.	7 識別記号	FI	テーマコード(参考)
C 2 2 C	49/04	C 2 2 C 49/04	
	49/06	49/06	
	49/14	49/14	
// C 2 2 C	101:04	101:04	
	101:06	101:06	
	101:10	101:10	
	101:14	101:14	
	101:18	101:18	
(72) 発明者	鈴木 信幸	(72) 発明者 落合 庄治郎	
	静岡県駿東郡長泉町下土狩140-15	京都市左京区吉田	日本町 京都大学内
(72) 発明者	津島 栄樹	Fターム(参考) 4K020 AA02 /	AA04 AA06 AA07 AA08
	静岡県富士市五貫島747-1 株式会社先	AA22 /	ACO1 ACO2 ACO4 ACO5
	端材料内	BA03 I	BA05 BA08 BB05